



## 저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

공학석사 학위논문

연속압입시험에서의 응력상태 해석을 통한  
나노다공성 금속의 기계적 물성평가

Evaluation of Mechanical Properties on Nanoporous Metal  
Using Instrumented Indentation Technique by Stress Field Analysis

2013년 8월

서울대학교 대학원

재료공학부

김 지 연

연속압입시험에서의 응력상태 해석을 통한  
나노다공성 금속의 기계적 물성평가

Evaluation of Mechanical Properties on Nanoporous Metal  
Using Instrumented Indentation Technique by Stress Field Analysis

지도교수 권 동 일

이 논문을 공학석사 학위논문으로 제출함

2013년 8월

서울대학교 대학원

재료공학부

김 지 연

김지연의 공학석사 학위论문을 인준함

2013년 7월

위 원 장 백 병 익 (인)  
부 위 원 장 권 동 일 (인)  
위 원 유 용 렬 (인)

## 초 록

나노다공성 금속은 내부에 공극이 존재하는 구조로부터 기인하는 독특한 특성으로 인하여 센서, 촉매, 축전기 등의 다양한 분야로 활용이 기대되는 재료이다. 이러한 다공성 재료의 항복강도는 기계적 물성을 대표하는 파라미터로서, 나노다공성 금속에서는 이를 평가하기 위하여 연속압입시험이 적용되고 있다.

연속압입시험을 통하여 재료의 물성을 평가하기 위해서는 접촉면적 결정이 선행되어야 한다. 따라서 나노다공성 금속에서의 탄소성 변형을 반영한 접촉형상 평가를 수행하였다. 우선적으로 압흔을 관찰하여 소성 변형의 양상을 파악하였으며, 이를 압입 파라미터를 이용하여 접촉깊이를 보정함으로써 나노다공성 금속의 접촉면적 함수를 도출하였다.

또한 연속압입시험에서의 응력상태 해석을 바탕으로 기계적 물성을 평가하기 위하여 모델링을 도입하였다. 나노다공성 금속의 탄소성 완전 소성 거동 특성에 근거하여, 압입 변형시 응력장 해석을 위해 확장공동모델을 적용하였다. 이를 통하여 나노다공성 금속의 압입경도와 항복강도 간의 상관관계를 파악하였다. 나아가 확장공동모델에서 코어 내부의 압력 변화량이 수정된 새로운 모델을 제안하였다. 이는 참조 항복강도와의 비교를 통하여 유도된 것으로 이미 그 타당성이 확인되었다.

본 연구에서는 연속압입시험을 이용하여 나노다공성 금속의 기계적 물성을 평가하기 위한 방법을 제시하였다. 이는 소재의 탄소성 변형을 고려하고, 압입시험시 응력상태 모델링을 통한 보다 물리적인 접근을 통하여 재료의 기계적 물성평가를 시도하였다는 데에 의의가 있다.

**주요어:** 나노다공성 금속, 연속압입시험, 기계적 물성, 탄소성 변형,  
접촉형상, 확장공동모델, 압력 변화

**학 번:** 2011-23312

## 목 차

초록 .....	i
목차 .....	iii
표 및 그림 목차 .....	v
1. 서론 .....	1
2. 이론적 배경 .....	3
2.1 나노다공성 금속 .....	3
2.2 연속압입시험법 .....	8
3. 탄소성 변형을 반영한 접촉형상 평가 .....	12
3.1 압흔을 통한 소성 변형 양상 파악 .....	12
3.2 압입 파라미터를 이용한 접촉깊이 보정 .....	15
3.3 실험 결과 및 고찰 .....	21
4. 응력상태 해석을 통한 기계적 물성평가 .....	32
4.1 모델링: 확장공동모델(ECM) .....	32
4.2 실험 결과 및 고찰: 새로운 모델 제시 .....	36
5. 시편 제작 및 분석 .....	45
5.1 제작 과정 .....	45
5.2 시편 분석: 구조적/화학적 측면 .....	48
6. 결론 .....	50

참고 문헌 .....	52
Appendix .....	56
Abstract .....	63

## 표 및 그림 목차

**Table 2.1** Mechanical test on porous material

**Table 5.1** Dealloying condition

**Table 5.2** Specimen condition; structural/chemical analysis

**Figure 2.1** Structure of porous material

**Figure 2.2** Stress-strain curve of uniaxial compression test on porous material

**Figure 2.3** Indentation load-depth curve

**Figure 3.1** Schematic diagram of contact morphology

**Figure 3.2** Stiffness of loading curve,  $S_L$  and unloading curve,  $S_U$

**Figure 3.3** Amount of work during indentation

**Figure 3.4** Calibration of contact depth by reflecting plastic deformation

**Figure 3.5** Sink-in and densification

**Figure 3.6** Nanoindentation load-depth curve on nanoporous metal; specimen S1, S2 and S3

**Figure 3.7** Estimation of contact area by Oliver-Pharr method on S1

**Figure 3.8** Estimation of contact area by Oliver-Pharr method on S2

**Figure 3.9** Estimation of contact area by Oliver-Pharr method on S3



**Figure 3.10** Experimental detail;

UNHT(CSM) for nanoindentation and specimen S1, S2 and S3

**Figure 3.11** Contact area function for nanoporous metal

**Figure 3.12** Contact area function for non-porous metal

**Figure 3.13** Contact area function for porous/non-porous metal

**Figure 4.1** Expanding cavity model(ECM) by Johnson(1970)

**Figure 4.2** Core press gradient in ECM by Studman(1977)

**Figure 4.3** Mechanical behavior approximation;  
elastic-perfectly plastic

**Figure 4.4** Estimation of yield strength by Studman's model

**Figure 4.5** Modified ECM for nanoporous metal

**Figure 4.6** Estimation of yield strength by modified model

**Figure 4.7** Experimental detail; AIS3000(Frontics) for uniaxial  
compression test and specimen dimension

**Figure 4.8** Reference data from uniaxial compression test

**Figure 5.1** Fabrication process of nanoporous gold

**Figure 5.2** Phase Diagram of Au/Ag System

**Figure A.1** Structural analysis on specimen, S1

**Figure A.2** Chemical analysis on specimen, S1

**Figure A.3** Structural analysis on specimen, S2

**Figure A.4** Chemical analysis on specimen, S2

**Figure A.5** Structural analysis on specimen, S3

**Figure A.6** Chemical analysis on specimen, S3

# 1. 서론

나노다공성 재료는 내부에 수십 나노미터 이하의 공극(pore)이 존재하는 구조를 가진 물질로, 독특한 구조로부터 기인한 큰 비표면적과 저밀도의 특성을 나타낸다. 특히 나노다공성 금속은 전기전도도가 우수하고, 비교적 제조가 용이한 장점을 가져 센서, 촉매, 축전지 등으로의 활용이 기대되는 재료이다. 다공성 재료에서는 기계적 특성을 대표하는 물성으로 항복강도가 중요하게 여겨진다. 나노다공성 금속의 기계적 물성을 측정하기 위한 방법으로는 시편의 제작을 고려한 연속압입시험법이 적용되고 있으나, 기존의 연구에는 다소 한계가 존재한다.

연속압입시험을 통하여 재료의 물성을 평가하기 위해서는 접촉면적 결정이 선행되어야 한다. 즉, 탄소성 변형이 반영된 접촉형상의 파악이 이루어져야 한다. 그러나 선행연구에서는 소성 변형에 관한 파악 없이 접촉면적이 평가되었으며, 이는 부정확한 압입경도를 산출한다. 또한 측정된 압입경도를 항복강도와 연계하는 과정에서의 논리가 결여되었다. 압입경도와 항복강도를 동일하게 간주한 것이 그것인데, 이러한 관계는 매우 제약적인 실험 조건에서만 성립된다. 그럼에도 불구하고 상기 실험적인 관계를 그대로 적용하고 있다.

본 연구에서는 이를 두 가지의 주제로 분류하여 접근을 시도하고자 한다. 첫 번째는 나노다공성 금속의 탄소성 변형을 반영한 접촉형상을 평가하는 것이다. 압흔 관찰을 통하여 소성 변형의 양상을 파악하고, 압입 파라미터로 제시되었던 기존의 접촉면적 함수를 보정한다. 두 번째는 압입시험시의 응력상태 해석을 통하여 항복강도를 평가하는 것이다. 나노다공성 금속의 압축거동에 근거하여 탄소-완전 소성 재료에 대한 확장공동모델(ECM)을 적용하였다. 코어(core) 내부의 압력 변화를 가정한 모델에서 압입경도와 항복강도

간의 상관관계를 파악하였으며, 나아가 압력 변화량을 수정하여 소재에 적합하게 개선된 모델을 제시하였다. 이를 바탕으로 연속압입 시험을 통한 나노다공성 금속의 보다 정확한 기계적 물성평가가 가능하다.

## 2. 이론적 배경

### 2.1 나노다공성 금속

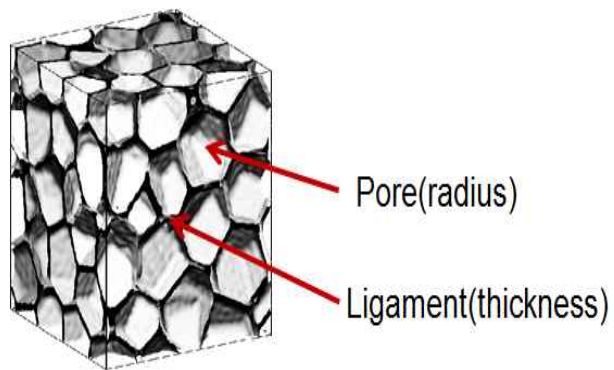
다공성 재료는 재료 내부에 공극(pore)이 존재하는 구조를 가진 물질로, 공극과 이들 사이를 잇는 리거먼트(ligament)로 이루어져 있다. 이러한 구조는 공극률(porosity), 공극형태(pore shape), 공극분포(pore distribution) 등의 다양한 요소로 설명된다. 다공성 재료는 공극의 크기에 따라 분류되는데, 일반적으로 공극의 크기가 50nm 이하인 경우 나노다공성(nanoporous) 재료로 정의한다. 나노다공성 재료는 공극의 크기와 리거먼트의 크기가 거의 동일하다.

공통적으로 다공성 재료는 단위 부피당 표면적이 크고, 밀도가 작은 특성을 가진다. 특히 나노다공성 금속(nanoporous metal)은 전기 전도도가 우수하며, 비교적 제조가 용이한 장점을 가져 센서, 촉매, 축전기 등으로의 활용이 기대되는 재료이다.

다공성 재료의 기계적 물성은 공극 혹은 리거먼트 사이즈와 밀접한 관련이 있다. 이들의 기계적 특성을 평가하기 위한 시험법과 이로부터 도출되는 물성을 정리하면 Table 2.1과 같다. 이 가운데 대표적으로 수행되는 시험법은 일축압축시험(uniaxial compression test)으로, 다공성 재료의 탄성계수(elastic modulus)와 항복강도(yield strength)를 측정할 수 있다.

다공성 재료의 일축압축시험 결과로 얻을 수 있는 응력-변형률 곡선(stress-strain curve)은 Figure 2.2와 같은 개형을 보인다. 일반 금속 재료의 그것과 달리 일정한 응력이 유지되는 수평한 구간이 관찰된다. 이는 재료의 내부에 공극이 존재하는 다공성 구조에 의한 현상으로, 각각의 리거먼트가 가해지는 외력에 의하여 변형되어 나타나는 현상으로 볼 수 있겠다. 따라서 항복강도는 리거먼트가 치밀

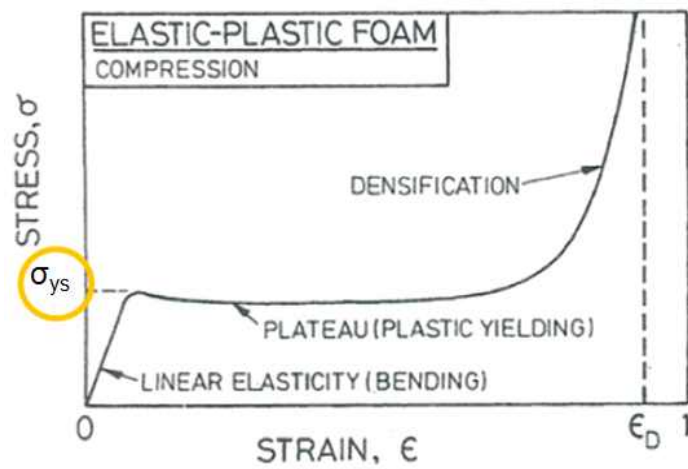
화(densification) 되기 이전 다공성 재료의 기계적 특성을 반영하는  
주요 파라미터라 할 수 있다.



**Figure 2.1** Structure of porous material

Method	Parameter
Compressive/Tensile test	Elastic modulus, E Yield strength, $\sigma_{ys}$
3-point bending test	Shear modulus, G
Vickers hardness test	Vickers hardness, HV

**Table 2.1** Mechanical test on porous material



**Figure 2.2** Stress-strain curve of uniaxial compression test on porous material



## 2.2 연속압입시험법

연속압입시험법(IIT, Instrumented Indentation Technique)은 재료 표면에 간단한 압입시험을 통하여 다양한 역학 특성을 평가할 수 있는 시험법이다. 기존의 경도 시험법이 압입 후에 압흔을 광학적으로 직접 관찰하여 경도를 산출하는 것에 비하여, 연속압입시험법은 압흔의 관찰 없이 압입을 통하여 도출되는 하중-변위 곡선(load-depth curve)의 분석으로부터 재료의 기계적 특성을 측정할 수 있다. 기본적인 재료의 기계적 물성인 경도(hardness)와 탄성계수(elastic modulus) 외에도 인장물성, 잔류응력, 파괴인성 등의 측정이 가능하다.

이 시험법은 비파괴적이며, 재료의 국부적인 물성 도출이 가능하고, 시험의 제약이 없다는 장점이 있다. 이러한 시험법의 편리성과 현장 적용성 때문에 구조물 및 산업 설비의 평가에 널리 사용되는 추세이다. 또한 나노 단위까지 시험범위가 확장됨에 따라 반도체 소자, 전자 부품 등의 미세 소재의 물성평가가 가능하게 되었다.

연속압입시험의 하중-변위곡선으로부터 재료의 탄성계수를 평가하는 방법은 다음과 같다. 먼저, 완전 탄성변형이 발생하는 영역 내에서, 재료에 구형 압입자로 미세한 하중을 가하였을 때 Hertz(1882)가 제안한 다음의 식을 적용할 수 있다. 각각  $h$ 는 변위,  $R$ 은 구형 압입자의 반경이다.

$$h = \left(\frac{9}{16}\right)^{1/3} \left(\frac{L}{E_r}\right)^{2/3} \left(\frac{1}{R}\right)^{1/3} \quad (2-1)$$

또한 하중 제거시의 곡선(unloading curve)으로부터 재료의 탄성

계수를 도출할 수 있다[13-17]. 측정된 하중-변위 곡선에서 하중 제거시 곡선의 초기 접선 기울기인 강성(stiffness)에 대하여 다음과 같은 관계가 성립됨을 이용한다. 여기서  $A$ 는 압흔의 투영면적인 접촉면적을 의미한다.

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (2-2)$$

위 식은 본래 원뿔형 압입자에 대한 탄성이론으로부터 유도되었으나, 구형 및 실린더 형태의 압입자에도 적용이 가능하다. 또한 피라미드 형태의 압입자의 경우에도, 비슷한 형태의 식(2-3)이 성립하며,  $\beta$ 는 압입자 형상을 보완하기 위한 보정 상수이다.

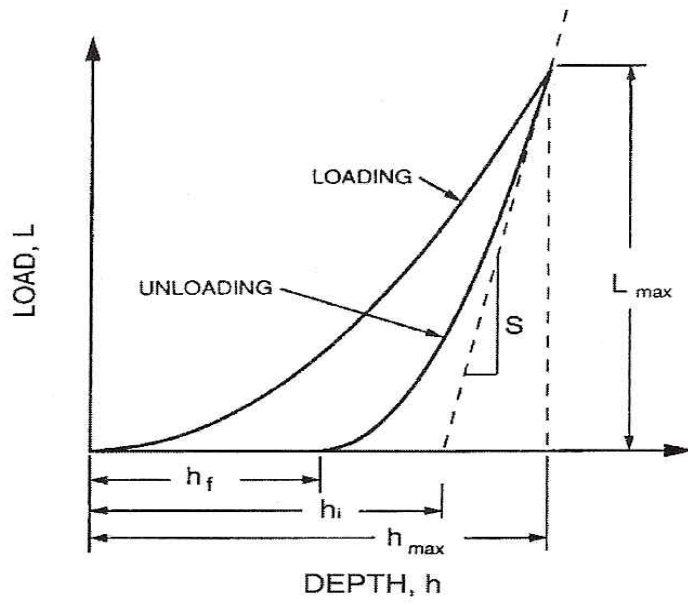
$$S = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (2-3)$$

연속압입시험에서의 경도는 아래와 같이 기존의 경도와 유사한 정의를 따른다.

$$H_{IT} = \frac{L_{max}}{A_c} = P_m \quad (2-4)$$

여기서  $A_c$ 는 최대 압입하중에서 압입자와 재료가 접촉하고 있는 부분의 투영 단면적인 접촉면적을 의미한다. 접촉면적은 압입자의 기하학적 형태에 의하여 접촉깊이( $h_c$ )의 함수로 표현된다. 접촉깊이는 실제 접촉면적과 동일한 값을 나타내는 정사각형을 가정했을 때, 그 정사각형의 단면적과 같은 비커스(Vickers) 압입자에서 압입자

침단으로부터의 높이를 나타낸다. 즉, 연속압입시험에서의 경도는 하중 인가시의 투영된 단면적을 사용하며, 최대 압입하중( $L_{\max}$ )에서의 평균 접촉압력( $P_m$ )이라는 물리적 의미를 가진다.



**Figure 2.3** Indentation load-depth curve

### 3. 탄소성 변형을 반영한 접촉형상 평가

#### 3.1 압흔을 통한 소성 변형 양상 파악

연속압입시험을 통하여 재료의 물성을 평가하기 위해서는 접촉면적 결정이 선행되어야 한다. 이러한 접촉면적은 접촉깊이( $h_c$ )로부터 도출된다. 시편 표면에 압입자가 접촉한 후 압입이 진행됨에 따라 발생하는 재료 표면의 변화로 인하여 압입깊이와 실제 접촉깊이는 서로 일치하지 않게 된다. 이러한 표면의 접촉형상은 크게 두 가지의 역학적 현상인 탄성과 소성 변형에 의한 것이다.

재료의 탄성 변형에 대한 해석은 기존의 많은 연구자들에 의하여 진행된 바 있으며, Oliver와 Pharr가 제시한[7] 가정과 수식이 널리 받아들여지고 있다. 그 내용은 압입하중과 재료의 강성(stiffness), 압입자 형상에 따른 상수를 통하여 압입으로 인한 재료의 탄성 변형의 양을 정량적으로 계산할 수 있으며, 나아가 압입하중을 제거한 후의 압흔의 투영면적인 접촉면적을 유추할 수 있다는 것이다. 이러한 접근은 압입으로 인한 재료의 파일업(pile-up)과 같은 소성 변형이 무시할 수 있을 정도라는 조건이 만족되어야 타당하다.

$$h_d = \epsilon \cdot \frac{L}{S} \quad (3-1)$$

( $\epsilon = 0.72$  for conical,  $\epsilon = 0.74$  for parabola,  $\epsilon = 1$  for flat punch)

$$h_c = h_{\max} - h_d = h_{\max} - \left( \epsilon \cdot \frac{L}{S} \right) \quad (3-2)$$

또한 재료의 소성 변형인 파일업(pile-up)에 대한 해석은 명확하게 이루어진 바가 없다. 많은 연구자들에 의하여 실험과 유한요소해석

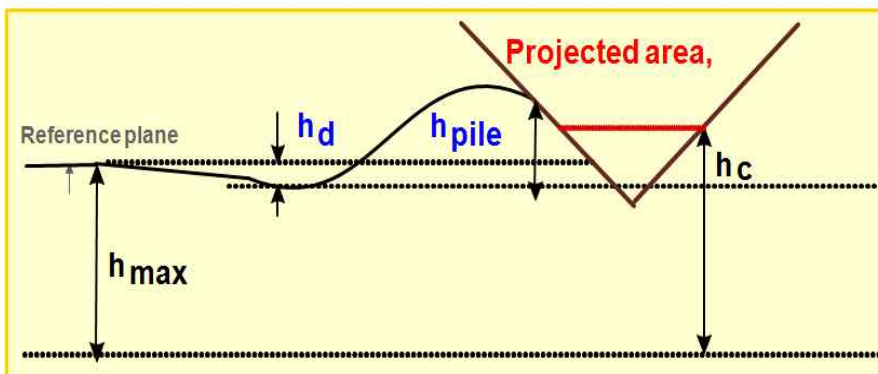
(FEM)에 의하여 탄성변형률( $\sigma_y/E$ )과 가공경화지수( $n$ )가 영향을 주는 인자들로 알려졌으나, 두 개의 매개변수에 대한 영향력에 대하여는 의견이 다양하다. 정성적으로 탄성변형률( $\sigma_y/E$ )의 값이 작을수록, 가공경화지수( $n$ ) 값이 작을수록 발생하는 파일업(pile-up)의 양이 많다고 설명할 수 있다[8].

이를 바탕으로, 압입에 따른 재료의 탄소성 변형을 반영한 접촉깊이( $h_c$ )는 다음과 같이 표현된다.

$$h_c = h_{\max} - h_d + h_p \quad (3-3)$$

각각  $h_{\max}$ 는 최대 압입깊이,  $h_d$ 는 탄성 회복으로 인한 깊이,  $h_p$ 는 압입자 주변의 파일업(pile-up)으로 인한 깊이를 나타낸다.

재료 내부에 공극이 존재하는 나노다공성 금은 구조적 특성으로 인하여 일반 금속 재료와 상이한 압입거동을 보일 것이다. 따라서 압입시험시, 접촉형상이 다르게 나타나리라 예측할 수 있다. 앞서 설명한 바와 같이 대부분의 금속 소재의 압흔에서는 소성 변형의 결과로서 상당한 양의 파일업(pile-up)이 관찰되는 것과 달리 나노다공성 금에서는 소성 변형의 양이 매우 적어 무시할 수 있을 정도일 것으로 예상하였다.



**Figure 3.1** Schematic diagram of contact morphology

### 3.2 압입 파라미터를 이용한 접촉깊이 보정

압입시험의 결과로 도출되는 하중-변위 곡선(load-depth curve)으로부터 접촉면적을 평가하기 위한 선행연구가 진행된 바 있다[18].

접촉깊이( $h_c$ )와 최대 압입깊이( $h_{max}$ )의 비를 'f'라고 정의하면, 접촉깊이( $h_c$ )는 아래와 같이 f와 최대 압입깊이( $h_{max}$ )의 곱으로 나타낼 수 있다.

$$f = \frac{h_c}{h_{max}} \quad (3-4)$$

$$h_c = f \cdot h_{max} \quad (3-5)$$

압입경도는 최대 하중( $L_{max}$ )과 접촉면적( $A_c$ )으로 결정된다. 접촉면적( $A_c$ )은 압입자의 기하학적 형상에 따라 접촉깊이( $h_c$ )의 제곱에 비례한다. 따라서, 이는 상수  $c_1$ 과 접촉깊이( $h_c$ ) 제곱의 함수로 나타낼 수 있다.

$$H_{IT} = \frac{L_{max}}{A_c} = \frac{L_{max}}{c_1 \cdot (h_c)^2} \quad (3-6)$$

식(3-6)에 식(3-5)을 대입하여 정리하면, 다음과 같은 식(3-7)을 얻을 수 있다. 최대 하중( $L_{max}$ )과 최대 압입깊이( $h_{max}$ )는 일반화하여 하중(L)과 압입깊이(h)로 표기하였다.

$$L = c_1 \cdot H_{IT} \cdot f^2 \cdot h^2 \quad (3-7)$$



Figure 3.2에서와 같이 하중 인가시의 곡선(loading curve)의 최대 압입깊이( $h_{\max}$ )에서 기울기를  $S_L$ 이라 하면,  $S_L$ 은 식(3-7)의  $h$ 에 대한 미분으로 구해진다.

$$S_L = \left. \frac{dL}{dh} \right|_{h=h_{\max}} = 2c_1 \cdot H_{IT} \cdot f^2 \cdot h_{\max} \quad (3-8)$$

그리고 하중 제거시의 곡선(unloading curve)의 초기 기울기를  $S_U$ 라고 하면, 이는 식(3-9)와 같이 나타난다[9]. 각각  $\beta$ 는 압입자 형상에 따른 상수,  $E$ 는 탄성계수를 의미한다. 이를 앞서 제시된 관계식을 이용하여 변수를 치환하면 식(3-10)과 같다.

$$S_U = \frac{2\beta\sqrt{A_c}}{\sqrt{\pi}} \cdot E \quad (3-9)$$

$$S_U = 2\beta\sqrt{\frac{c_1}{\pi}} \cdot f \cdot h_{\max} \cdot E \quad (3-10)$$

따라서, 하중 제거시의 곡선과 하중 인가시의 곡선에서 기울기의 비( $S_U/S_L$ )는 다음과 같다. 여기서  $\alpha$ 는  $\beta$ 와  $c_1$ 를 포함한 상수이다.

$$\frac{S_U}{S_L} = \frac{\beta}{\sqrt{c_1} \cdot \pi} \cdot \frac{E}{f \cdot H_{IT}} = \alpha \cdot \frac{E}{f \cdot H_{IT}} \quad (3-11)$$

위 식을  $f$ 에 관하여 정리하면 아래와 같으며,  $\gamma$ 는  $\alpha$ 와 ( $S_U/S_L$ )를 포함한 상수이다.

$$f = \gamma \cdot \frac{E}{H_{IT}} \quad (3-12)$$

압입경도와 탄성계수의 비( $H_{IT}/E$ )를 압입시험시에 소모되는 일에 관하여 나타낸 선행연구가 있다[10].

$W_{total}$ 은 압입에 필요한 총 일의 양,  $W_{elastic}$ 는 탄성회복에 필요한 일의 양을 의미한다[11]. 즉,  $W_e/W_{total}$ 는 압입에 소요된 일 중 탄성 변형에 의한 일의 비로서, 이는  $H_{IT}/E$ 와 비례한다고 알려져 있다.

$$\frac{H_{IT}}{E} \propto \frac{W_e}{W_{total}} \quad (3-13)$$

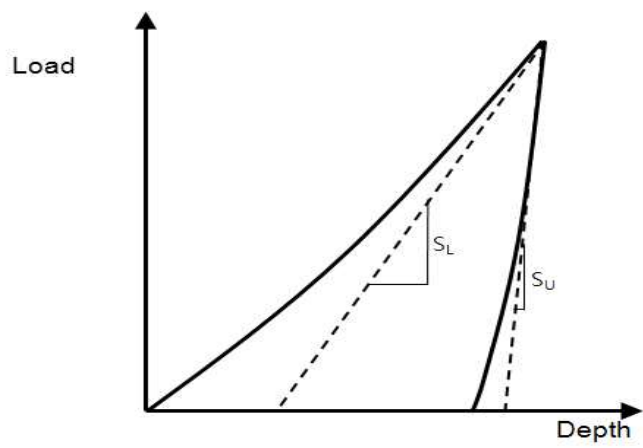
$$\begin{cases} W_{total} = \int_0^{h_{max}} F_L(h) dh \\ W_{elastic} = \int_{h_f}^{h_{max}} F_U(h) dh \end{cases} \quad (3-14)$$

$W_e/W_{total}$ 은 Figure 3.3에서와 같이 압입시험시 하중-변위 곡선 (load-depth curve)에서 최대 압입깊이( $h_{max}$ )와 최종 압입깊이( $h_f$ )에 관하여 유추하여 나타낼 수 있다.

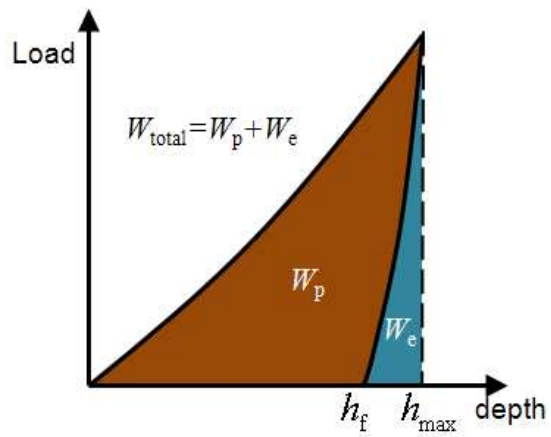
$$F\left(\frac{W_{elastic}}{W_{total}}\right) \approx F\left(\frac{h_{max}}{h_{max} - h_f}\right) \quad (3-15)$$

따라서 소성 변형을 고려하여 접촉깊이를 보정한 결과는 아래와 같이 나타낼 수 있으며, 이는 압입 파라미터를 이용하여 표현하였다는 데에 의의가 있다.

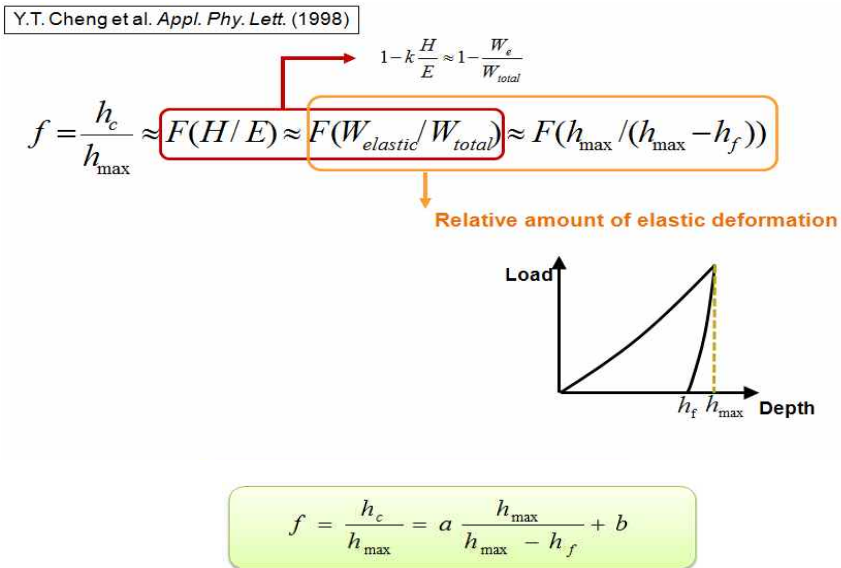
$$f = \frac{h_c}{h_{max}} = a \cdot \left(\frac{h_{max}}{h_{max} - h_f}\right) + b \quad (3-16)$$



**Figure 3.2** Stiffness of loading curve,  $S_L$  and unloading curve,  $S_U$



**Figure 3.3** Amount of work during indentation



**Figure 3.4** Calibration of contact depth by reflecting plastic deformation

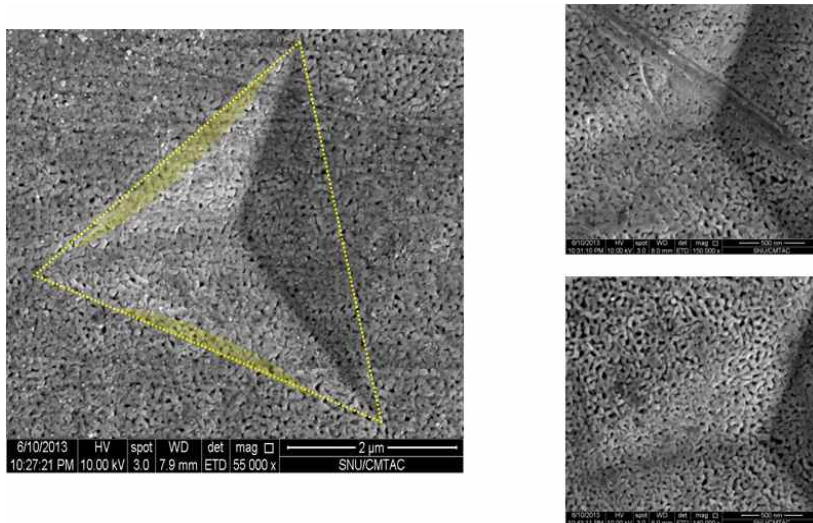
### 3.3 실험 결과 및 고찰

#### 3.3.1 나노압입시험 및 압흔 관찰

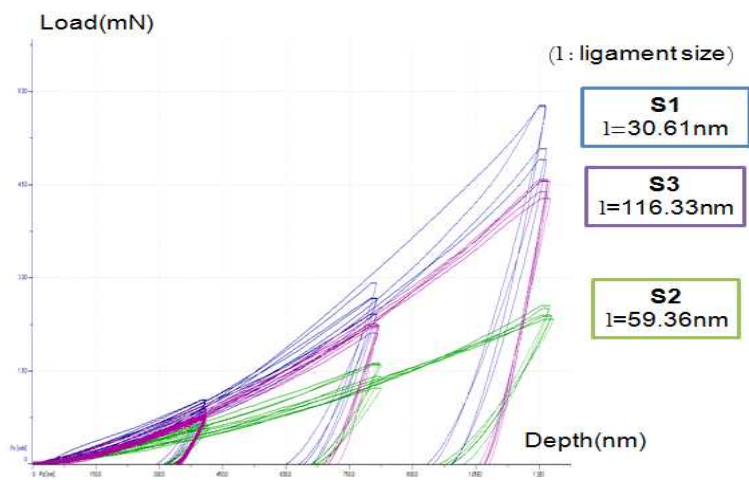
나노다공성 금 시편을 제작하여 나노압입시험을 수행하였다. 사용한 기기는 CSM社의 UNHT, 압입자 종류는 Berkovich이다. 변위 제어 방법으로 압입깊이를 달리하며, 적합한 압입속도를 설정하였다. 압입깊이는 400, 800, 1200nm이며, 그에 따른 압입속도는 5000, 10000, 15000 $\mu\text{m}/\text{min}$ 으로 최대 하중은 2sec 동안 유지하였다. 동일 압입깊이별 총 30회의 압입시험을 시행하였다. 압흔 형상은 주사전 자현미경(SEM)을 사용하여 관찰하였다. 그리고 소성 변형이 반영된 접촉면적을 평가하기 위하여 앞서 관찰한 압흔 이미지를 대상으로 포토샵 프로그램을 이용하였고, 실측한 압흔의 면적을 산출하였다.

나노압입시험을 수행한 후, 그 압흔을 관찰한 결과 소성 변형이 일어나 상당량의 싱크인(sink-in)이 발생한 것을 확인할 수 있었다. 또한 압흔의 중앙부에는 압입으로 인하여 리거먼트(ligament)들이 엉키어 공극이 사라지는, 재료의 치밀화(densification)가 진행되었음을 볼 수 있었다. 이를 바탕으로, 나노다공성 금에서는 소성 변형이 발생할 때 부피의 변화가 일어남을 예상할 수 있다. 이는 일반 금속 소재에서 소성 변형시, 부피의 변함이 없이 보존된다는 것과 다른 결론이다.

나아가 재료의 탄성 변형만을 고려한, 기존 Oliver-Pharr의 방법을 적용하여 접촉면적을 평가해본 결과, 약 20%에 가까이 과평가되었다. 실제 접촉깊이( $h_c$ )는 최대 압입깊이( $h_{\text{max}}$ )와 탄성 변형으로 인한 깊이( $h_d$ )의 함수로만 표현될 것이라고 예상한 것과 다른 결과이다. 따라서 나노다공성 금속에서의 새로운 접촉면적 함수가 결정되어야 할 필요성이 제기된다.

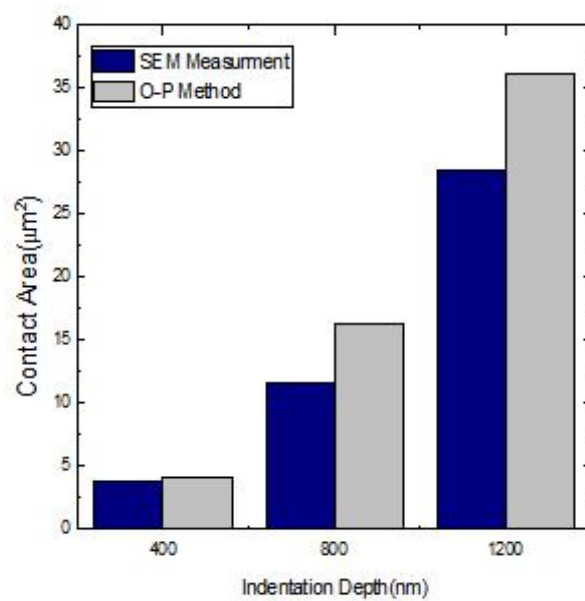


**Figure 3.5** Sink-in and densification

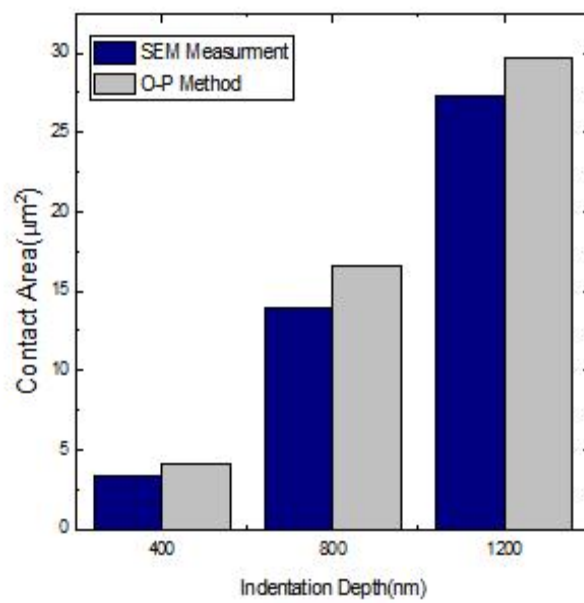


**Figure 3.6** Nanoindentation load-depth curve on nanoporous metal; specimen S1, S2 and S3

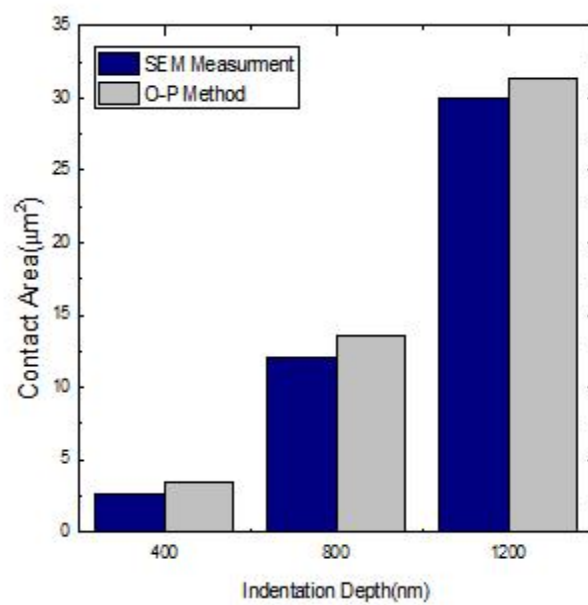




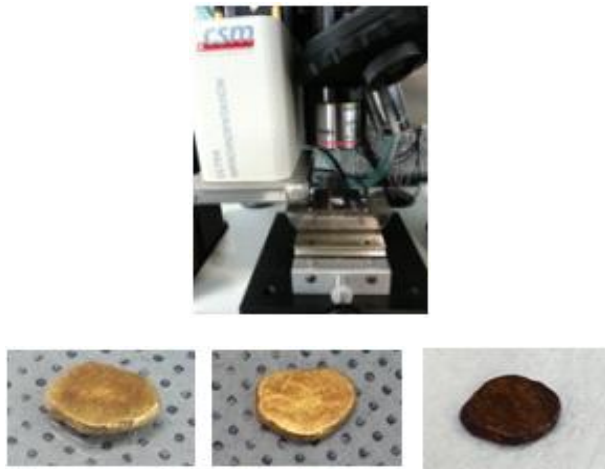
**Figure 3.7** Estimation of contact area by Oliver-Pharr method on S1



**Figure 3.8** Estimation of contact area by Oliver-Pharr method on S2



**Figure 3.9** Estimation of contact area by Oliver-Pharr method on S3



**Figure 3.10** Experimental detail;  
UNHT(CSM) for nanoindentation and specimen S1, S2 and S3

### 3.3.2. 접촉면적 함수 보정

나노다공성 금속의 접촉면적 함수를 제시하기 위하여 선행연구에서 시도되었던 방법을 적용하였다. 다음과 같은 선형의 함수가 도출되었다.

$$f = \frac{h_c}{h_{max}} = (0.0300) \cdot \left( \frac{h_{max}}{h_{max} - h_f} \right) + (0.7467) \quad (3-17)$$

(a = 0.0300, b = 0.7467)

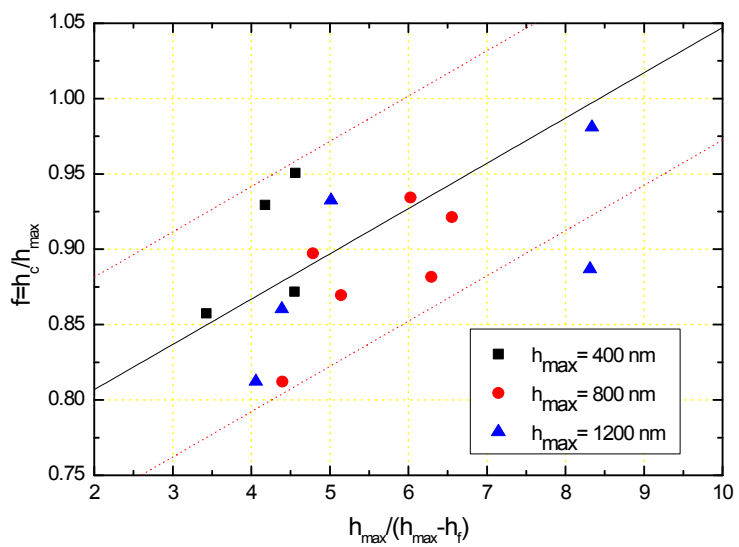
이러한 결과는 마찬가지로의 방법으로 일반 금속 재료에 대하여 도출한 접촉면적 함수와 크게 다르지 않다.

$$f = \frac{h_c}{h_{max}} = (0.0201) \cdot \left( \frac{h_{max}}{h_{max} - h_f} \right) + (0.8477) \quad (3-18)$$

(a = 0.0201, b = 0.8477)

f와  $h_{max}/(h_{max}-h_f)$ 의 관계는 재료에 따라 다른 값을 나타내었으나 큰 차이는 보이지 않는 것을 확인하였다. 이는 재료의 구조적인 특성과 무관하며, 일반적으로 소성 변형의 양상은 압입시험시 하중-변위 곡선(load-depth curve)의 분석을 통하여 표현할 수 있음을 시사한다.

나아가 다공성 금속과 일반 금속에 대한 접촉면적 함수를 동시에 나타낸 결과, 소성 변형의 양상이 다를수록 f값을 통해서도 확인할 수 있었다. 나노다공성 금속의 경우,  $f < 1$ 이므로 싱크인(sink-in)이 발생함을, 일반 금속 소재의 경우,  $f > 1$ 이므로 파일업(pile-up)이 발생함을 알 수 있다.



**Figure 3.11** Contact area function for nanoporous metal

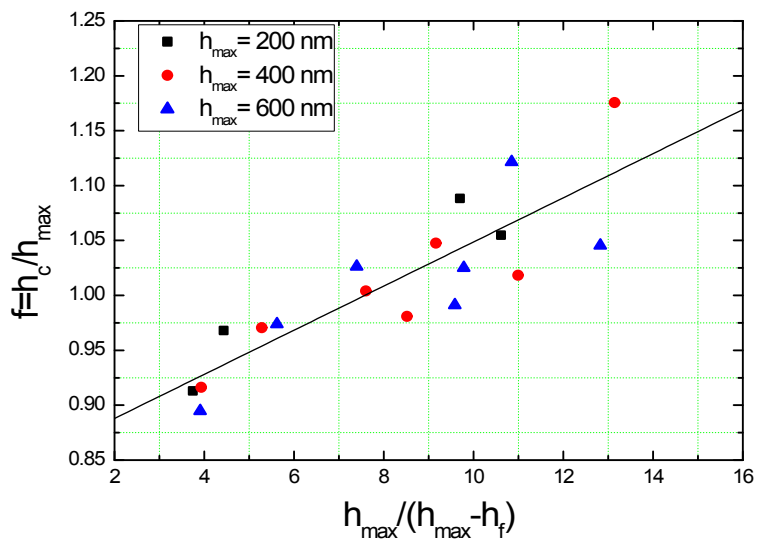


Figure 3.12 Contact area function for non-porous metal

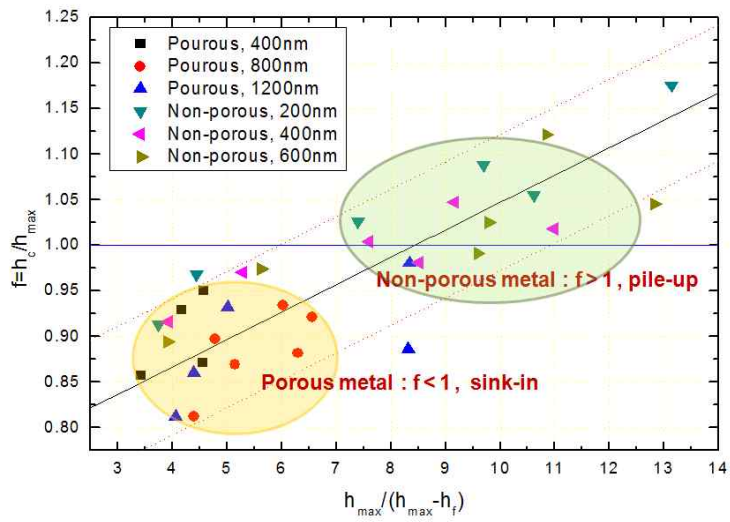


Figure 3.13 Contact area function for porous/non-porous metal



## 4. 응력상태 해석을 통한 기계적 물성평가

### 4.1 모델링: 확장공동모델(ECM)

압입경도는 가해진 하중과 접촉면적으로 비로 결정된다. 강 완전 소성(rigid perfectly plastic)의 성질을 갖는 재료의 경우, 압입경도는 항복강도와 다음과 같은 관계를 가진다고 알려져 있다[5]. 이는 미끄럼 선장 이론(slip-line field theory)으로부터 도출되었다.

$$H = 3 \cdot \sigma_y \quad (4-1)$$

Hill(1950)은 탄성-완전 소성(elastic-perfectly plastic)의 재료에 대하여, 내부 압력이 존재하는 구형 혹은 원통형의 공동(cavity)이 준정적(quasi-static)으로 확장될 때의 응력상태에 대한 해를 제시하였다. 이를 바탕으로, 많은 연구자들이 압입시험으로 인한 재료 내부의 응력장을 해석하기 위하여 확장공동모델(ECM, Expanding Cavity Model)을 제시하였으며, 이 가운데 Johnson(1970)이 제안한 모델이 대표적이다.

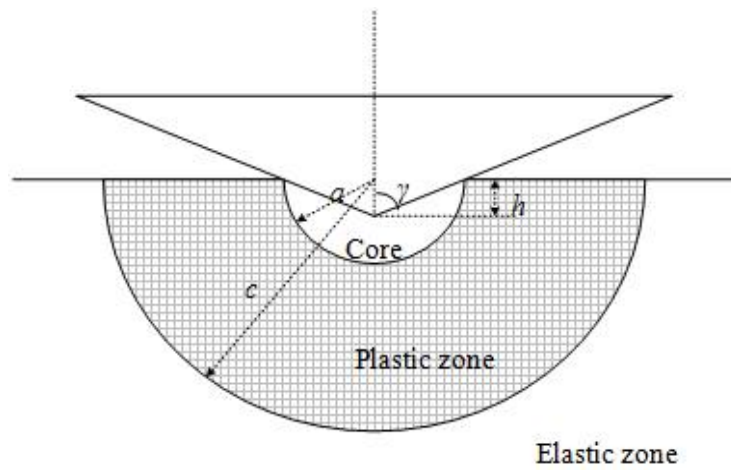
Johnson은 재료 내부에 존재하는 반구 형태의 정수압이 작용하는 코어(core)가 확장됨에 따라 셸(shell) 모양의 소성 영역이 발생하는 것으로 압입 변형을 설명하였다. 여기서 코어(core)는 Hill이 제시한 공동(cavity)과 같은 역할을 한다. 이러한 가정은 압입으로 인하여 발생한 재료 내부의 변위가 초기 접촉지점으로부터 방사형으로 형성되어 있음을 관찰한 연구에 근거한 것이다[21, 22]. 압입자와 접촉한 재료의 표면은 반지름의 크기가  $a$ 인 반구의 코어(core)로 둘러싸여 있으며, 이러한 코어의 내부는 정수압의 응력상태로, 압입이 진행됨에 따라 코어의 외부에 응력과 변위가 방사형 대칭성을 가지는

응력장이 생성된다고 보았다. 즉, 동일한 크기의 변형률이 방사상으로 형성되는 등방성의 경화(isotropic hardening)가 발생한다고 가정하였다. 또한 표면에 형성될 수 있는 소성 변형에 의한 자유표면효과(free surface effect)는 배제하였다. Johnson의 모델에서는 평균압력(mean pressure)과 항복강도, 즉 압입경도와 항복강도 간의 관계가 다음과 같이 나타난다.

$$\frac{p_m}{Y} = \frac{H}{Y} = \frac{2}{3} \left[ 1 + \ln \left( \frac{1}{3} \cdot \frac{E \cdot \cot \alpha}{Y} \right) \right] \quad (4-2)$$

Studman(1977)은 기존 Johnson의 확장공동모델(ECM)에서 발생하는 스텝 불연속(step discontinuity)의 문제를 보완한 모델을 제시하였다. 그 내용은 Von-Mises 항복조건을 만족하도록 내부 압력의 크기가 일정하지 않은 코어를 상정한 것이다. 식(4-3)은 이 모델에서의 압입경도와 항복강도 간의 관계를 표현한 것이다.

$$\frac{p_m}{Y} = \frac{H}{Y} = \frac{2}{3} \left[ \frac{7}{4} + \ln \left( \frac{1}{3} \cdot \frac{E \cdot \cot \alpha}{Y} \right) \right] \quad (4-3)$$



**Figure 4.1** Expanding cavity model(ECM) by Johnson(1970)

**Johnson's ECM**

$$\frac{p_m}{Y} = \frac{H}{Y} = \frac{2}{3} \left[ 1 + \ln \left( \frac{1}{3} \frac{E \cot \alpha}{Y} \right) \right]$$

**Core pressure gradient**

$$\begin{aligned} r = 0 &\rightarrow a \\ \sigma_r &= -P \rightarrow -P + Y \\ \sigma_\theta &= -P \rightarrow -P + Y \end{aligned}$$

**Studman's ECM**

$$\frac{p_m}{Y} = \frac{H}{Y} = \frac{2}{3} \left[ \frac{7}{4} + \ln \left( \frac{1}{3} \frac{E \cot \alpha}{Y} \right) \right]$$

**Figure 4.2** Core press gradient in ECM by Studman(1977)

## 4.2 실험 결과 및 고찰: 새로운 모델 제시

앞서 다공성 재료의 압축시험시 응력-변형률 곡선(stress-strain curve)의 개략적인 형태를 보인 바 있다. 이를 다시 살펴보면, 가공경화지수(strain hardening exponent)가 0에 가까운 탄성-완전 소성(elastic-perfectly plastic)의 거동과 매우 흡사하다. 그러므로, 나노다공성 금속은 탄성-완전 소성의 특성을 가지는 재료로 가정하여, 이에 대한 압입 변형으로 인한 응력상태는 확장공동모델(ECM)을 적용함으로써 가능할 것이다.

나노다공성 금속에 Studman의 확장공동모델(ECM) 적용을 통하여 압입경도와 항복강도 간의 상관성을 파악하였다. 압흔을 관찰한 결과 압입으로 인한 치밀화(densification)가 발생함을 확인하였다. 따라서, 이미 압입이 진행된 코어(core) 내부와 그렇지 않은 외부는 구조적인 불연속이 존재한다고 볼 수 있다. 이를 고려하면 코어 내에 압력 분포의 차이(core pressure gradient)가 존재한다고 예상하는 것이 타당할 것이다.

### 4.2.1 기존 모델 적용

모델의 타당성을 실험적으로 검증하기 위해서는 압입실험을 통하여 결정된 압입경도와 항복강도 결정이 선행되어야 한다. 압입경도는 이미 진행된 나노압입시험으로부터 평가가 가능하다. 따라서, 일축압축시험을 수행하였으며, 이는 참조값으로 설정하기 위한 항복강도를 구하기 위함이다. 평탄(flat punch) 압입자를 적용한 압입시험으로 일축압축시험과 동일한 환경을 구현하였다. 시편은 압축시험에 적합하도록 높이가 긴 직육면체로 제작하였으며, 시편의 높이는 가

로 혹은 세로 길이의 2배이다. 시편에 가해질 예상 하중범위를 고려하여, Frontics社의 AIS3000 장비를 사용하였다. 변위제어 방법으로 압입깊이는 1mm, 압입속도는 0.2mm/min으로 설정하였다.

시험의 결과로 도출되는 하중-변위 곡선(load-depth curve)을 공칭 응력-변형률 곡선(engineering stress-strain curve)으로 변환하여, 리거먼트(ligament) 크기가 다른 시편별로 항복강도와 탄성계수를 평가하였다.

이를 바탕으로 Studman의 모델을 적용하여, 나노다공성 금속의 항복강도를 평가하였다. 예측한 항복강도와 실제 항복강도는 다소간의 값의 차이는 있었으나 전반적으로 Figure 4.4와 같이 저평가되는 경향을 보임을 확인하였다. 두 값의 관계는 식(4-4)와 같다. 이러한 결과는 내부의 공극으로 인하여 일반 금속 소재보다 구속효과(constraint effect)가 감소함에 따른 것이라고 추측된다. 또한 항복강도 예측을 위하여 적용한 모델이 연속체를 전제로 하고 있으므로 이러한 요인으로 인하여 오차가 발생하였을 가능성도 존재한다.

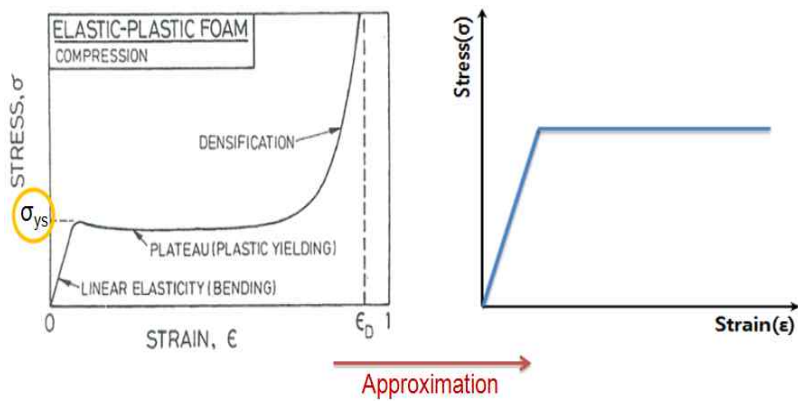
$$\sigma_{ys,ref} = (1.976) \cdot \sigma_{ys,est} \quad (4-4)$$

#### 4.2.2 새로운 모델 제시

앞의 실험 결과를 바탕으로 나노다공성 금속의 압입경도와 항복강도의 관계를 나타내는 새로운 모델을 제안한다. 이전 Studman의 모델과 마찬가지로 코어(core) 내부의 압력 변화(core pressure gradient)를 가정한 것은 동일하나 그 크기를 수정하였다. 즉, Y의 압력 변화량을 (1/2)Y로 감소시켰다. 상수 1/2이 갖는 물리적인 의

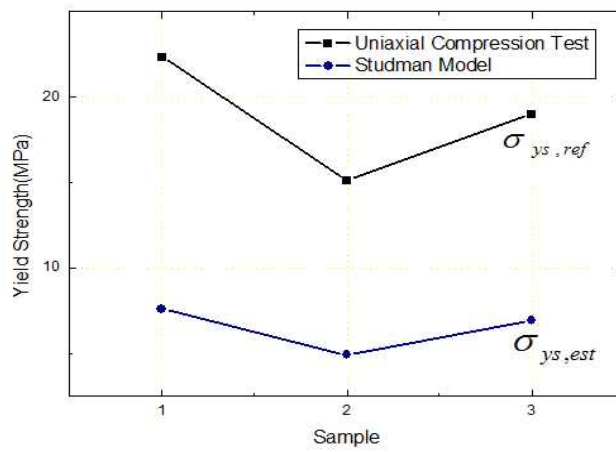
미가 미비한 것이 한계이나 연속체와는 상이한 코어 내부의 압력 분포가 존재함을 내포한다. 식(4-5)는 수정된 모델에서의 압입경도와 항복강도 간의 관계를 나타낸다. 새로운 모델을 통하여 예측한 항복 강도는 약 10% 이내의 오차범위 내에서 참조 항복강도와 일치하였다.

$$\frac{p_m}{Y} = \frac{H}{Y} = \frac{2}{3} \left[ \frac{11}{8} + \ln \left( \frac{1}{3} \cdot \frac{E \cdot \cot \alpha}{Y} \right) \right] \quad (4-5)$$



**Figure 4.3** Mechanical behavior approximation;  
elastic-perfectly plastic





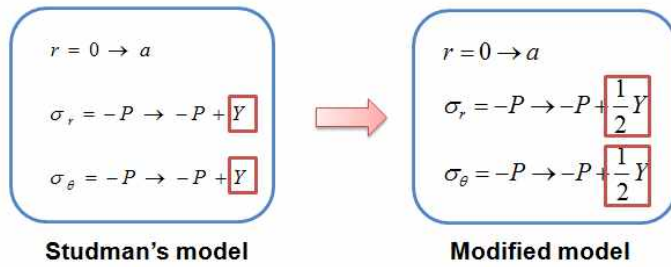
$\sigma_{ys,ref}$  : from uniaxial compression test

$\sigma_{ys,est}$  : from nanoindentation(Studman model)

**Figure 4.4** Estimation of yield strength by Studman's model

[Assumption]

- Decrease of core pressure gradient :  $\Delta\sigma_r = Y \rightarrow \frac{1}{2}Y$  ,  $\Delta\sigma_\theta = Y \rightarrow \frac{1}{2}Y$



$$\frac{P_m}{Y} = \frac{H}{Y} = \frac{2}{3} \left[ \boxed{\frac{11}{8}} + \ln\left(\frac{1}{3} \frac{E \cot \alpha}{Y}\right) \right]$$

**Figure 4.5** Modified ECM for nanoporous metal

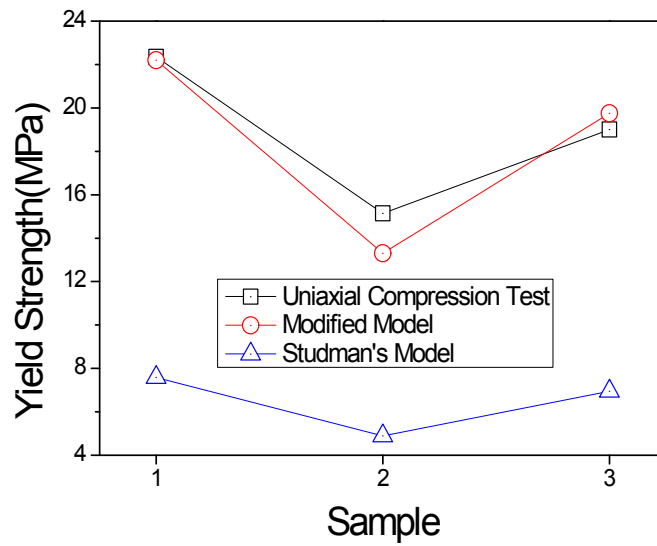
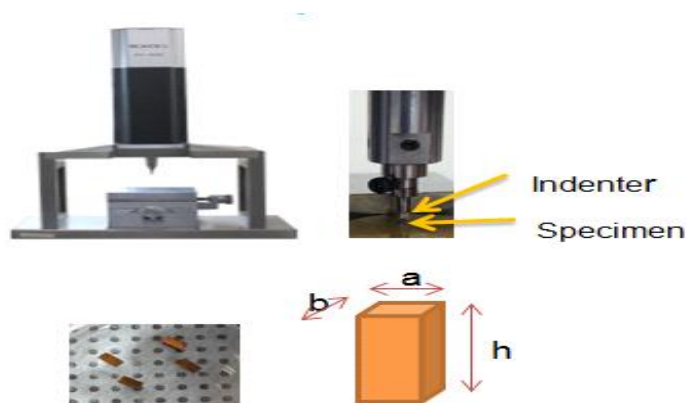
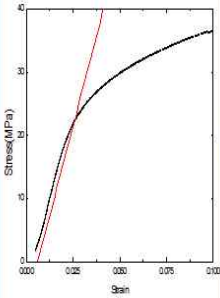
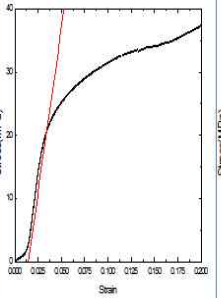
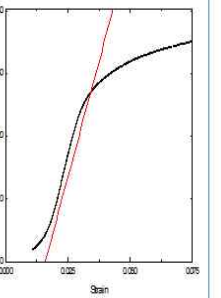


Figure 4.6 Estimation of yield strength by modified model



**Figure 4.7** Experimental detail;  
 AIS3000(Frontics) for uniaxial compression test and specimen dimension

	<b>S1</b> (l=30.61nm)	<b>S2</b> (l=59.36nm)	<b>S3</b> (l=116.33nm)
Yield strength (MPa)	22.350 (stdev=0.37)	15.139 (stdev=2.23)	19.004 (stdev=0.50)
Elastic modulus (GPa)	1.0312 (stdev=0.15)	1.021 (stdev=0.21)	1.107 (stdev=0.04)
Engineering Stress-Strain Curve			

**Figure 4.8** Reference data from uniaxial compression test

## 5. 시편 제작 및 분석

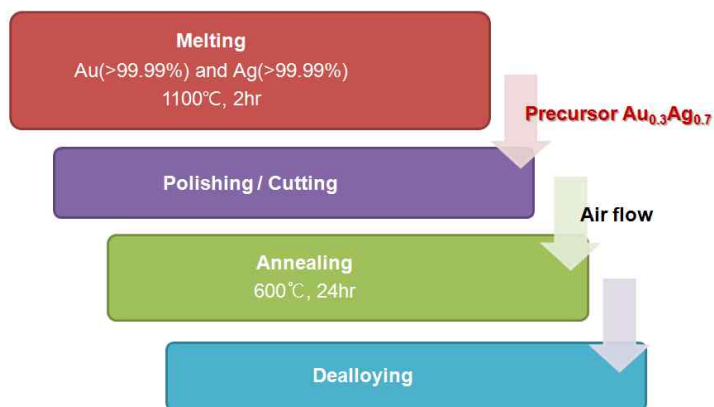
### 5.1 제작 과정

일정한 크기의 리거먼트(ligament)를 가지는 나노다공성 금을 제작하기 위한 과정은 크게 합금부식(dealloying) 단계의 전후로 나눌 수 있다. 먼저 금은 합금을 제조하기 위하여 설정한 원자퍼센트<sup>1)</sup>를 만족하는 금과 은의 적당량을 용광로에서 용융(1100℃, 약 2시간)시킨다. 본 실험에서는 약 Au 30at%로 고정하였다. 금은 합금 시편을 용도에 따라 연마 혹은 절단한 후, 이러한 시편 전처리 중에 발생하였을 시편 내부의 잔류응력 제거를 위하여 열처리(600℃, 약 24시간)를 시행한다. 시편 연마는 표면 조도에 의한 영향을 배제하고자 연마지(#2000)와 다이아몬드 서스펜션(1μm, 0.25μm)을 사용하여 순차적으로 진행하였고, 시편 절단은 방전 가공(EDM, Electric Discharge Machining) 방법을 적용하여 적합한 형상으로 제작하였다.

나노다공성 구조는 금은 합금에서 은 성분만을 선택적으로 제거함으로써 형성된다. 이와 같이 합금 중의 특정 원소만을 분리하는 것을 합금부식(dealloying)이라 한다. 합금부식은 스피노달 분해(spinodal decomposition)에 의한 것으로, 특정 조성에서의 공용간격(miscibility gap) 내에서 업-힐 확산(up-hill diffusion)이 일어나 상이 분리된다. 여러 합금부식 방법 중 자유부식(free corrosion) 방법을 수행하였다. 다양한 리거먼트(ligament) 크기를 갖는 시편을 제작하고자 용도를 고려하여 각각 온도, 질산용액의 농도, 시간을 달리하였다. 자세한 실험 조건은 Table 5.1과 같으며, 각 조건에 따라 제작된 시편은 'S1', 'S2', 'S3'로 명명하였다.

---

1) 금은 합금 제조시, Au 30~40at% 범위가 일반적이다.



**Figure 5.1** Fabrication process of nanoporous gold

	<b>S1</b>		<b>S2</b>		<b>S3</b>
	HNO <sub>3</sub> , RT		HNO <sub>3</sub> , 50°C		HNO <sub>3</sub> :H <sub>2</sub> O=1:1, 80°C
Condition	Indentation	Compression	Indentation	Compression	Indentation/Compression
	92h	60h	92h	50h	26h

**Table 5.1** Dealloying condition

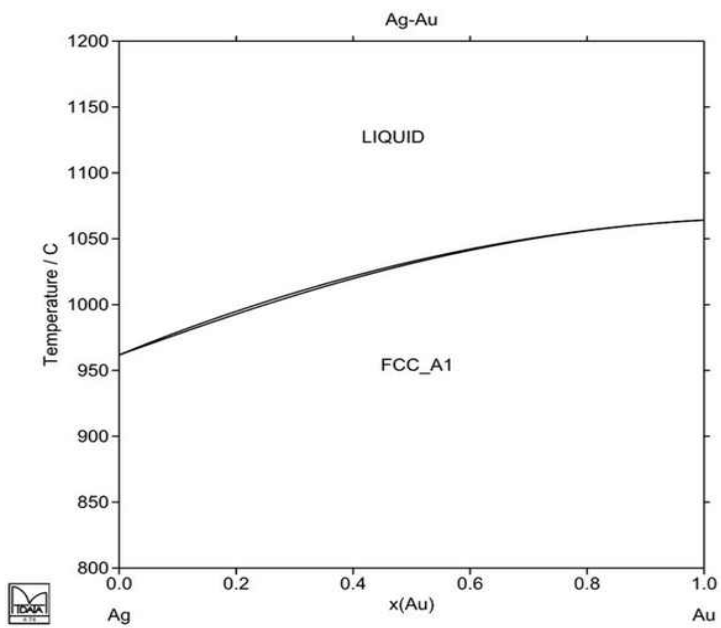


Figure 5.2 Phase diagram of Au/Ag system



## 5.2 시편 분석: 구조적/화학적 측면

합금부식을 완료한 후, 각 조건에 따라 제작된 나노다공성 시편에 대한 구조적/화학적 분석을 진행하였다. 리거먼트(ligament)의 크기 및 분포를 파악하기 위하여 주사전자현미경(SEM)을 통하여 리거먼트 크기를 측정하였으며, 그 분포를 히스토그램으로 나타내었다. 또한 시편에 잔류하는 은의 양<sup>2)</sup>을 측정하기 위하여 EDS 분석을 수행하였다.

분석 결과, 다른 합금부식 공정으로 제조된 시편 간에는 상이한 크기의 리거먼트가 형성된 것을 확인할 수 있었다.

---

2) 나노다공성 금 제조시, 잔류 은의 양이 Ag 2~3at%인 경우 성공적으로 합금부식이 완료되었다고 본다.

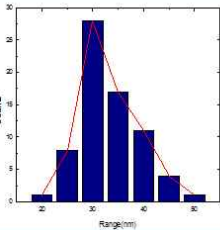
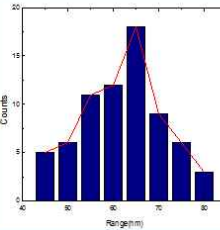
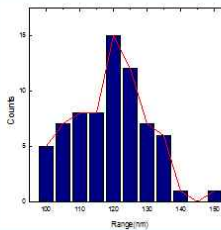
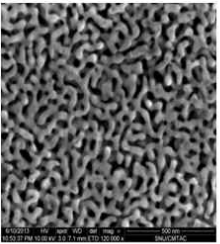
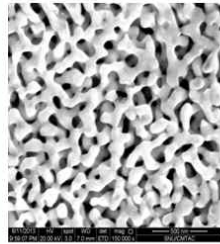
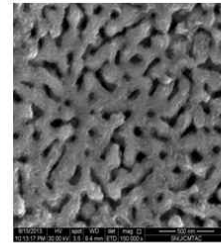
	S1	S2	S3
Ligament Size	30.61nm (stdev=5.53)	59.36nm (stdev=9.24)	116.33nm (stdev=11.93)
Residual Ag (at%)	2.51 at%	1.83 at%	4.32 at%
Ligament Size Distribution			
SEM Image			

Table 5.2 Specimen condition; structural/chemical analysis

## 6. 결론

나노다공성 금속은 내부에 수십 나노미터 이하의 공극이 존재하는 구조를 가진 재료이다. 이러한 나노다공성 금속의 기계적 특성은 항복강도로 대표되며, 이를 측정하기 위한 방법으로 시편의 제약을 고려한 연속압입시험법이 적용되고 있다. 그러나 기존의 연구에는 소성 변형을 반영하지 않은 접촉면적으로부터 압입경도를 산출하고, 이 값을 적합하지 못한 실험적 관계를 통하여 항복강도와 연계하고 있다. 본 연구에서는 이러한 문제를 개선하여 연속압입시험에서의 응력상태 해석을 통한 나노다공성 금속의 기계적 물성평가의 방법을 제시하였으며, 내용은 다음과 같다.

1. 나노다공성 금속에서의 탄소성 변형이 반영된 접촉형상을 파악하였다. 나노압입시험을 수행한 후, 주사전자현미경(SEM)을 통하여 압흔을 관찰한 결과, 싱크인(sink-in) 현상과 압입자 중심부에 치밀화(densification) 현상이 발생함을 확인하였다.

2. 나노다공성 금속의 소성 변형 양상을 반영하여 접촉깊이 보정을 통한 기존 접촉면적 함수를 보정하였다. 이는 탄성 변형만을 고려하여 Oliver-Pharr의 방법으로 평가된 접촉면적 값이 약 20%의 과평가된 문제를 개선한 것이다. 제시한 접촉면적 함수는 압입 파라미터로 표현되었으며, 그 수식은 다음과 같다.

$$f = \frac{h_c}{h_{max}} = (0.0300) \cdot \left( \frac{h_{max}}{h_{max} - h_f} \right) + (0.7467)$$

3. 나노다공성 금속의 압입자 하부 응력상태 해석을 위한 모델링을 수행하였다. 확장공동모델(ECM)을 적용하여, 압입경도와 항복강도의 상관관계를 파악하였다. 나아가 코어(core) 내부의 압력 변화량이 감소된 수정된 모델을 제시하였다. 이는 10% 이내의 오차범위 내에서 참조 항복강도와 일치한다.

$$\frac{p_m}{Y} = \frac{H}{Y} = \frac{2}{3} \left[ \frac{11}{8} + \ln \left( \frac{1}{3} \cdot \frac{E \cdot \cot \alpha}{Y} \right) \right]$$

## 참고 문헌

1. L. J. Gibson and M. F. Ashby: *Cellular Solids* (Cambridge University Press, Cambridge, 1999).
2. A. C. Fisher-Cripps: *Nanoindentation* (Springer, New York, 2002).
3. K. L. Johnson: *Contact mechanics* (Cambridge University Press, Cambridge, 1985).
4. A. C. Fisher-Cripps: *Introduction to contact mechanics* (Spring, New York, 2007).
5. D. Tabor: *Hardness of metals* (Clarendon Press, Oxford, 1951).
6. Arne Wittstock, Jurgen Biener, Jonah Erlebacher, and Marcus Baumer, *Nanoporous gold* (Royal Society of Chemistry, Cambridge, 2012).
7. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **7**, 1506 (1992).
8. J. Malzbender and G. de With, *J. Mater. Res.* **17**, 502 (2002).
9. S. I. Bulychiev, V. P. Alekhin, M. K. Shorshorov and A. P. Ternovskii, *Prob. Prochn.* **9**, 79 (1976).
10. Y. T. Cheng and C. M. Cheng, *Appl. Phys. Lett.* **73**, 614 (1998).
11. A. E. Giannakopoulos and S. Suresh, *Scripta Mater.* **40**, 1191 (1999).
12. R. Hill: *The mathematical theory of plasticity* (Clarendon, Oxford, 1950).

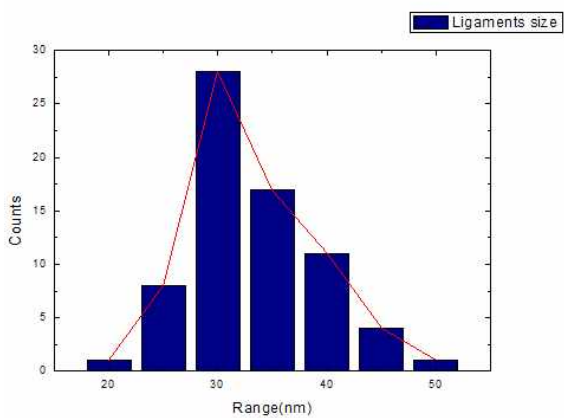
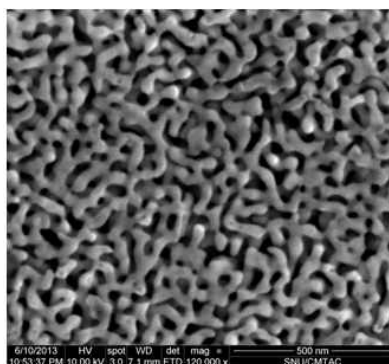
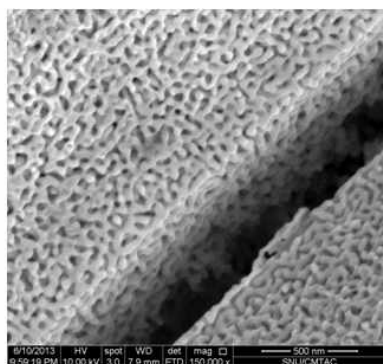
13. S. I. Bulychev, V. P. Alekhin, M. Kh. Shorshorov and A. P. Ternovskii, *Prob. Prochn.* **9**, 79 (1976).
14. S. I. Bulychev, V. P. Alekhin and *Zavod. Lab.* **53**, 76 (1987).
15. S. I. Bulychev, V. P. Alekhin, M. Kh. Shorshorov, A. P. Ternovskii and G. D. Shnyrev, *Zavod. Lab.* **41**, 1137 (1975).
16. M. Kh. Shorshorov, S. I. Bulychev and V. P. Alekhin, *Sov. Phys. Dokl.* **26**, 769 (1982).
17. N. A. Stilwell and D. Tabor, *Phys. Proc. Soc.* **LXXVIII** **2**, 169 (1961).
18. S. K. Kang, J. H. Kim, Y. H. Lee, J. Y. Kim and D. Kwon, *Mater. Sci. Eng. A* **535**, 197 (2012).
19. H. Hertz, *J. Mathematik* **92**, 156 (1882).
20. K. L. Johnson, *J. Mech. Phys. Sol.* **18**, 115 (1970).
21. L. E. Samuels and T. O. Mulhearn, *J. Mech. Phys. Sol.* **5**, 125 (1957).
22. T. O. Mulhearn, *J. Mech. Phys. Sol.* **7**, 85 (1959).
23. H. S. Park, Ken Gall and J. A. Zimmerman, *J. Mech. Phys. Solids* **54**, 1862 (2006).
24. J. Weissmuller, R. C. Newman, H. Jin, A. M. Hodge and J. W. Kysar, *MRS Bulletin* **24**, 577 (2009).
25. A. M. Hodge and R. T. Doucette, *J. Mater. Res.* **24**, 1600 (2009).
26. A. M. Hodge, J. Biener, J. R. Hayes, P. M. Bythrow and C. A. Volker, *Acta Materialia* **55**, 1343 (2007).
27. M. C. Shaw and T. Sata, *Int. J. Mech. Sci.* **8**, 469 (1966).

28. J. Biener, A. M. Hodge, A. V. Hamza, L. M. Hsiung and J. H. Satcher, *J. Appl. Phys.* **97**, 024301 (2005).
29. J. Biener, A. M. Hodge and A. V. Hamza, *J. Appl. Phys.* **87**, 121908 (2005).
30. R. Dou and B. Derby, *Philosophical Magazine* **iFirst**, 1 (2010).
31. C. A. Volkert and E. T. Lilleodden, *Appl. Phys. Lett.* **89**, 061920 (2006).
32. M. Wilsea, K. L. Johnson and M. F. Ashby, *Int. J. Mech. Sci.* **17**, 457 (1975).
33. Xi Chen, Yong Xiang and J. J. Vlassak, *J. Mater. Res.* **21**, 715 (2006).
34. X. Y. Lang, H. T. Yuan, Y. Iwasa and M. W. Chen, *Scripta Materialia* **64**, 923 (2011).
35. Masataka Hakamada and Mamoru Mabuchi, *Scripta Materialia* **56**, 1003 (2007).
36. J. Biener, A. M. Hodge, J. R. Hayes and C. A. Volker, *Nano Lett.* **6**, 2379 (2006).
37. X. L. Gao, X. N. Jing and G. Subhash, *Int. J. Solids and Structure* **43**, 2193 (2006).
38. C. J. Studman, M. A. Moore and S. E. Jones, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **10**, 949 (1977).
39. J. S. Park, S. K. Hyun, H. Sueno, M. Tane, H. Nakajima, Y. S. Um, B. Y. Hur and F. Ono, *Materials Transaction* **47**, 2208 (2006).
40. X. Sun, G. Xu, X. Li, X. Feng and H. Gao, *J. Appl. Phys.* **113**, 023505 (2013).

- 41. S. Ji and Bin Xia, *J. Mater. Sci.* **41**, 1757 (2006).
- 42. H. J. Jin, L. Kurmanaeva, J. Schmauch, H. Rosner, Y. Ivanisenko and J. Weissmuller, *Acta Materialia* **57**, 2665 (2009).
- 43. R. Xia, X. Li, Q. Qin, J. Liu and X. Feng, *Nanotechnology* **22**, 7 (2011).
- 44. G. Lu, G. Q. Lu, Z. M. Xiao, *J. Porous Materials* **6**, 359 (1999).
- 45. A. Mathur and J. Erlebacher, *Appl. Phys. Lett.* **90**, 061910 (2007).
- 46. R. Narasimhan, *Mechanics of Materials* **36**, 633 (2004).

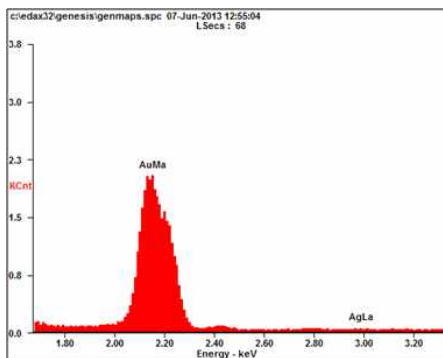


# Appendix

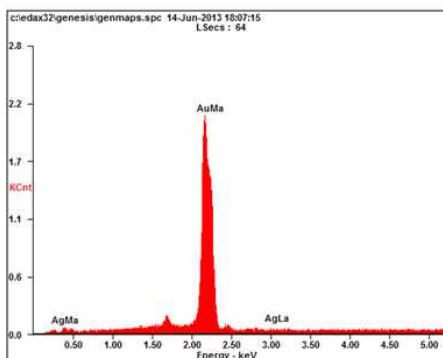


Ligament size(nm)	
avg	30.61
max	45.91
min	19.43
stdev	5.53

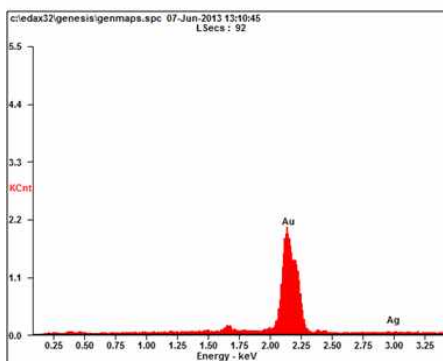
**Figure A.1** Structural analysis on specimen, S1



Element	Wt%	At%
AgL	01.59	02.86
AuL	98.41	97.14
Matrix	Correction	ZAF

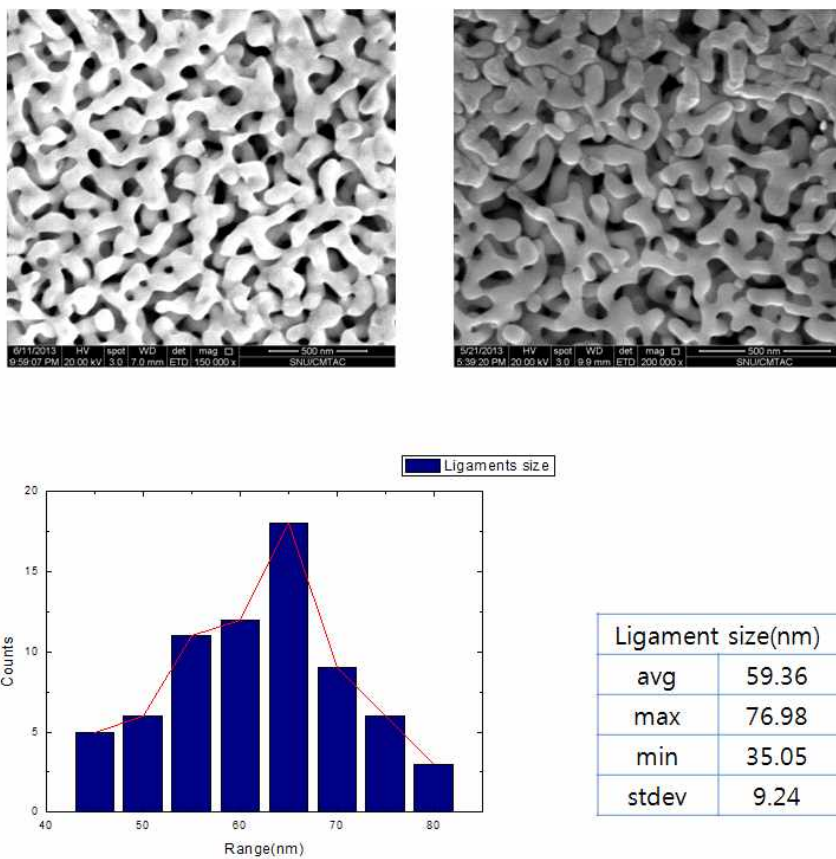


Element	Wt%	At%
AgL	01.47	02.64
AuL	98.53	97.36
Matrix	Correction	ZAF

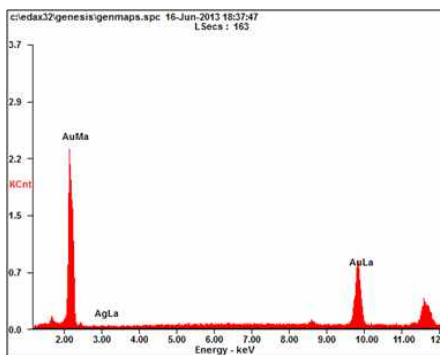


Element	Wt%	At%
AgL	01.12	02.03
AuL	98.88	97.97
Matrix	Correction	ZAF

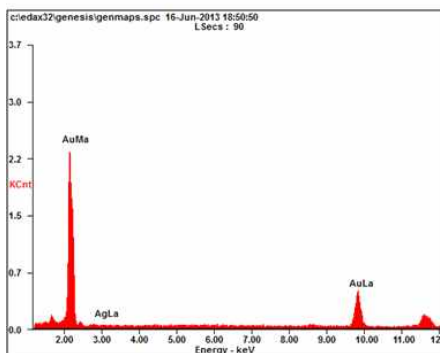
Figure A.2 Chemical analysis on specimen, S1



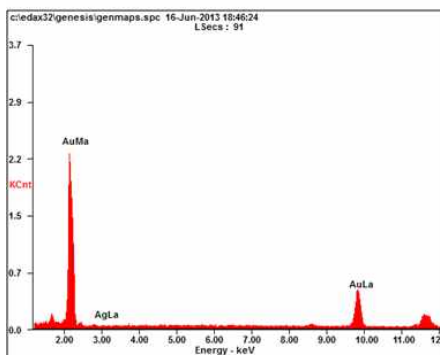
**Figure A.3** Structural analysis on specimen, S2



Element	Wt%	At%
AgL	00.82	01.49
AuL	99.18	98.51
Matrix	Correction	ZAF

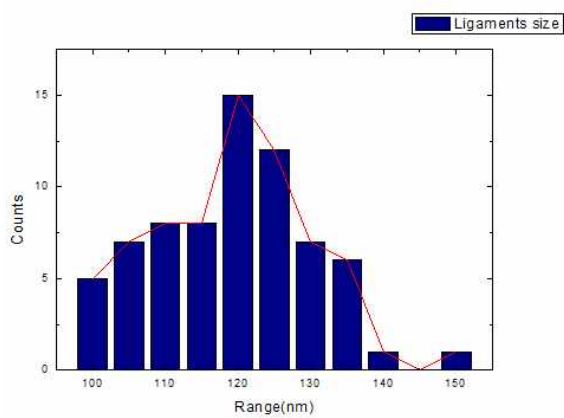
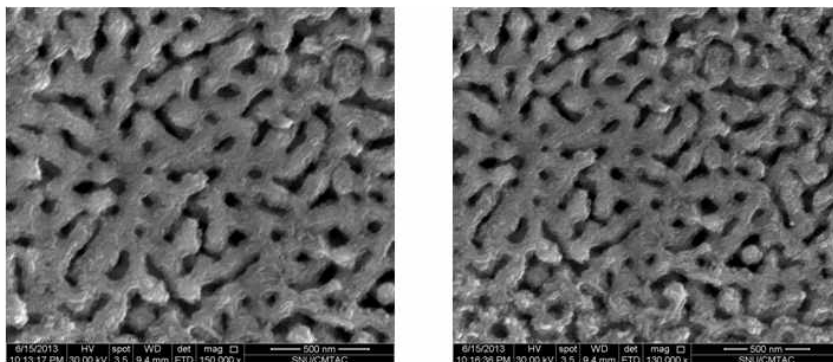


Element	Wt%	At%
AgL	01.18	02.14
AuL	98.82	97.86
Matrix	Correction	ZAF



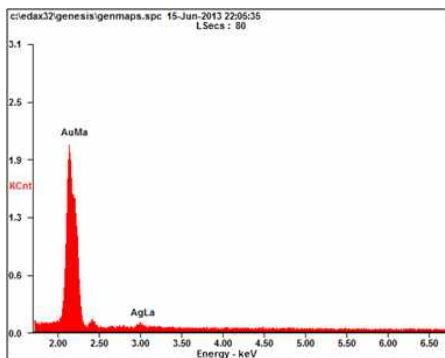
Element	Wt%	At%
AgL	01.03	01.87
AuL	98.97	98.13
Matrix	Correction	ZAF

Figure A.4 Chemical analysis on specimen, S2

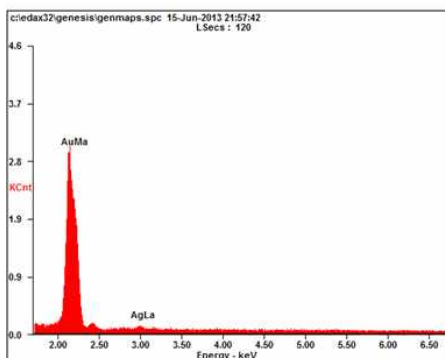


Ligament size(nm)	
avg	116.33
max	146.10
min	89.39
stdev	11.93

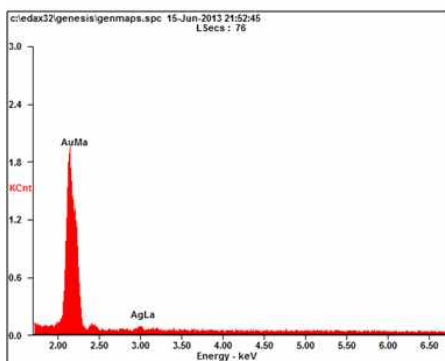
**Figure A.5** Structural analysis on specimen, S3



Element	Wt%	At%
AgL	02.44	04.36
AuL	97.56	95.64
Matrix	Correction	ZAF



Element	Wt%	At%
AgL	02.23	04.00
AuL	97.77	96.00
Matrix	Correction	ZAF



Element	Wt%	At%
AgL	02.58	04.60
AuL	97.42	95.40
Matrix	Correction	ZAF

Figure A.6 Chemical analysis on specimen, S3

## Abstract

### Evaluation of Mechanical Properties on Nanoporous Metal Using Instrumented Indentation Technique by Stress Field Analysis

Kim, Ji-Yeon

Department of Materials Science and Engineering

The Graduate School

Seoul National University

Nanoporous materials, especially metals, have attracted considerable interests due to their wide variety of applications such as sensors, catalysis, and capacitors. They have advantages of high surface to volume ratio and light weight. In nanoporous materials, nanoindentation is performed to measure the yield strength, the main parameter of mechanical properties.

Contact area is determined prior to estimating indentation-derived mechanical properties. Thus, elastoplastic material response was explored with focus on contact morphology of nanoporous metals. We observed residual impressions reflecting plastic deformation and derived contact area function in terms of indentation parameters by calibration of contact depth.

The goal of this study is to evaluate of mechanical properties of nanoporous metals using nanoindentation. This



was done by stress field analysis; expanding cavity model(ECM). It describes stress distribution beneath the indenter for elastic-perfectly plastic materials for internally pressurized spherical core. We related indentation hardness with yield strength upon this model. Futhermore, modified ECM reduced core pressure gradient was suggested for nanoporous metals.

**Keyword:** Nanoporous metal, Instrumented indentation technique, Mechanical properties, Elastoplastic deformation, Contact morphology, Expanding cavity model, Core pressure gradient

**Student Number:** 2011-23312